

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]A manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate making quaternary alkylammonium halide and sodium borofluoride react.

[Claim 2]A way according to claim 1 quaternary alkylammonium halide is at least one sort of quaternary chloride alkylammonium and quaternary bromide alkylammonium.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate. It is related with the manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate useful as an electrolyte of electrolysis solutions, such as an electric double layer capacitor and an electrolytic condenser, in more detail. Here, four H of ammonium ( $\text{NH}_4^+$ ) is replaced by four alkyl groups, and four alkyl groups may be the same or may differ from quaternary alkylammonium.

[0002]

[Description of the Prior Art]As a manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate, conventionally, For example, the method (U.S. Pat. No. 3,965,178) to which quaternary alkylammonium halide and fluoroboric acid are made to react, the method (Italy patent No. 1153530) to which quaternary alkylammonium carbonate and fluoroboric acid are made to react, etc. are known.

[0003]However, fluoroboric acid decomposes during a reaction, it is generated by a lot of hydrogen fluoride, and no above-mentioned manufacturing methods can use a common metal vessel and a glass-lining container, in order to use fluoroboric acid. Therefore, it is necessary to use the reaction vessel coated with resin of an expensive chlorofluocarbon system.

[0004]the method to which quaternary alkylammonium halide and lithium borofluoride are made to react is also learned -- \*\*\*\* (JP,10-87574,A) -- so high moreover, since lithium borofluoride is comparatively expensive, its yield is not economical.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]It is not necessary to use the reaction vessel coated with resin of a chlorofluocarbon system expensive since fluoroboric acid does not need to be used for this invention, therefore corrosive hydrogen fluoride does not generate it. It aims at providing the method of manufacturing quaternary alkylammonium tetrafluoroborate cheaply with high yield, using a general general-purpose device.

[0006]

[Means for Solving the Problem]When this invention persons make quaternary alkylammonium halide and sodium borofluoride react, Without [ therefore ] being generated by hydrogen fluoride, it found out that quaternary alkylammonium tetrafluoroborate could be cheaply manufactured with high yield, without needing

a special reaction vessel, and this invention was completed.

[0007]That is, this invention provides a manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate as shown below.

[0008]1. Manufacturing method of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate making quaternary alkylammonium halide and sodium borofluoride react.

[0009]2. Method given in above-mentioned paragraph 1 whose quaternary alkylammonium halide is at least one sort of quaternary chloride alkylammonium and quaternary bromide alkylammonium.

[0010]

[Embodiment of the Invention]In this invention, the quaternary alkylammonium tetrafluoroborate made into the purpose can be obtained by making quaternary alkylammonium halide and sodium borofluoride react.

[0011]A chemical formula shows the reaction of quaternary alkylammonium halide and sodium borofluoride below.

[0012]

$R^1R^2R^3R^4NX + NaBF_4 \rightarrow R^1R^2R^3R^4NBF_4 + NaX$  type,  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , and  $R^4$  -- respectively -- an alkyl group -- it is an alkyl group of the carbon numbers 1-4 preferably, and it may be the same or may differ. X shows chlorine, bromine, or iodine.

[0013]As the above-mentioned quaternary alkylammonium halide, quaternary chloride alkylammonium, quaternary bromide alkylammonium, iodination quaternary alkylammonium, etc. are mentioned.

[0014]Carbon numbers are 1-4 and, specifically, the alkyl groups of quaternary alkylammonium halide are methyl, ethyl, n-propyl, i-propyl, n-butyl, i-butyl, s-butyl, and t-butyl. Four alkyl groups of quaternary alkylammonium halide consist of one kind in the above-mentioned alkyl group, and two kinds of combination, or three or more kinds of combination.

[0015]As an example of four alkyl groups which constitute quaternary alkylammonium halide, Tetramethyl, tetraethyl, tetrapropyl, tetrabutyl, and ethyl trimethyl \*\*. Diethyldimethyl, triethylmethyl, a MECHIRUTO repro pill, an ECHIRUTO repro pill, Trimethyl propyl, ethyldimethylpropyl, diethyl methylpropyl, Triethylpropyl, dimethyldipropyl, ethylmethyldipropyl, Diethyldipropyl, trimethyl butyl, ethyldimethylbutyl, diethylmethylbutyl, triethylbutyl, TORIPURO pill butyl, dimethyldibutyl, ethylmethyldibutyl, diethyldibutyl, etc. are mentioned. Here, as for propyl, n-propyl, i-propyl, and butyl contain n-butyl, i-butyl, s-butyl, and t-butyl.

[0016]In the above-mentioned quaternary alkylammonium halide, From a viewpoint that it can manufacture easily and cheaply to ethyl chloride trimethylammonium. Diethyl chloride dimethylammonium, chloridation triethyl methylammonium, ethyl bromide trimethylammonium, diethyl bromide dimethylammonium, and bromination triethyl methylammonium are used suitably.

[0017]A commercial thing may be sufficient as the quaternary alkylammonium halide used for this invention, and it could be manufactured by the publicly known manufacturing method. How to make the third class alkylamine and alkyl halide react, and to obtain quaternary alkylammonium halide as a publicly known manufacturing method, for example, Or the third class alkylamine and dialkyl carbonic ester are made to react, and the method of making it react to chloride or hydrobromic acid, and obtaining quaternary alkylammonium halide succeedingly, etc. are mentioned.

[0018]the amount of the sodium borofluoride used used for a reaction receives quaternary alkylammonium halide -- usually -- a 1.0 to 1.5 time mol grade -- it is a 1.0 to 1.2 time mol grade preferably. In order

quaternary alkylammonium halide has the unreacted amount of the sodium borofluoride used at less than a 1.0 time mol and to remain, even if a reaction is not completed but it uses exceeding a mol 1.5 times, the effect of balancing it is not acquired.

[0019]As a solvent used for a reaction, the mixed solvent of the soluble viewpoint of quaternary alkylammonium halide to lower alcohol of the carbon numbers 1-3, such as water, methanol, ethanol, and isopropanol, or water and lower alcohol is preferred. Although not limited, few directions are preferred, and are usually 0.5 to 5 time weight grades to quaternary alkylammonium halide, and especially the amount used is an one to 3 time weight grade preferably in order to carry out heating hardening by drying of the reaction mixture after ending reaction.

[0020]The range of about 0-50 °C of reaction temperature of the above-mentioned reaction is usually about 20-40 °C preferably. The rise effect of reaction velocity that reaction temperature balances it even if a reaction is slow and exceeds 50 °C at less than 0 °C is not acquired, but it is economically disadvantageous.

[0021]The range of reaction time is usually about 0.5 to 8 hours, and the range of it is about 1 to 5 hours preferably.

[0022]Heating hardening by drying of the reaction mixture is carried out after ending reaction, and a solvent is removed. About 30-100 °C of heating hardening by drying is usually preferably performed at about 60-100 °C under ordinary pressure or decompression of about 3-100 Torr. To next, the mixed solid of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate and the by-product which were obtained. After filtration etc. remove the by-product which adds ketone, such as alcohol, such as ethanol and isopropanol, or acetone, and methyl ethyl ketone, and does not dissolve, by carrying out heating hardening by drying of the filtrate, Target quaternary alkylammonium tetrafluoroborate can be obtained by a high grade. The amount of the organic solvents used, such as acetone and ethanol, is usually a three to 20 time weight grade to the mixed solid of quaternary alkylammonium tetrafluoroborate and a by-product, and is a three to 10 time weight grade preferably. The temperature at the time of dissolving quaternary alkylammonium tetrafluoroborate is usually about 0-50 °C, and is about 20-40 °C preferably. About 30-100 °C of heating hardening by drying is usually preferably performed at about 60-100 °C under ordinary pressure or decompression of about 3-500 Torr.

[0023]

[Example]Next, this invention is not limited by this example although this invention is explained still in detail based on an example.

[0024]After nitrogen gas replaced the inside of the three-neck flask of 300-ml equipped with example 1 agitator, the thermometer, and the condensator, 45.5 g (0.3 mol) of chloridation triethyl methylammonium, the sodium borofluoride 32.9g (0.3 mol), and the water 100g were prepared. It was made to react at about 25 °C under stirring for 1 hour. After ending reaction, the solvent was removed at 100 °C, heating hardening by drying was carried out under decompression of 4Torr, and about 80-g white solid was obtained.

[0025]After adding the acetone 315.9g to the obtained white solid under the room temperature and separating insoluble sodium chloride, heating hardening by drying was carried out on the above and the conditions, and the white crystals 59.0g were obtained. From the <sup>1</sup>H-NMR spectrum and the IR spectrum, it was checked that this crystal is triethyl methylammonium tetrafluoroborate. As a result of measuring the purity of the obtained triethyl methylammonium tetrafluoroborate by the HPLC (high performance chromatography) method, the purity was 272 ppm in residual chloride-ion concentration 99%. Yield was 97% to chloridation triethyl methylammonium. When the obtained triethyl methylammonium tetrafluoroborate

was recrystallized from ethanol, residual chloride-ion concentration was able to be reduced to 5 ppm.

[0026]After nitrogen gas replaced the inside of the three-neck flask of 300-ml \*\* equipped with example 2 agitator, the thermometer, and the condenser, 58.8 g (0.3 mol) of bromination triethyl methylammonium, the sodium borofluoride 39.5g (0.36 mol), and the water 100g were prepared. It was made to react at about 25 \*\* under stirring for 1 hour. After ending reaction, the solvent was removed at 100 \*\*, heating hardening by drying was carried out under decompression of 4Torr, and about 100-g white solid was obtained.

[0027]After adding the acetone 315.9g to the obtained white solid under the room temperature and separating an insoluble sodium bromide, heating hardening by drying was carried out on the above and the conditions, and the white crystals 58.4g were obtained. From the  $^1\text{H}$ -NMR spectrum and the IR spectrum, it was checked that this crystal is triethyl methylammonium tetrafluoroborate. As a result of measuring the purity of the obtained triethyl methylammonium tetrafluoroborate by the HPLC method, purity was 98% and residual bromide ion concentration was 255 ppm. Yield was 96% to bromination triethyl methylammonium. When the obtained triethyl methylammonium tetrafluoroborate was recrystallized from ethanol, residual bromide ion concentration was able to be reduced to 4 ppm.

[0028]

[Effect of the Invention]It is not necessary to use the reaction vessel coated with resin of a chlorofluocarbon system expensive according to this invention since it is not necessary to use fluoroboric acid, therefore is not generated by corrosive hydrogen fluoride. Quaternary alkylammonium tetrafluoroborate can be industrially manufactured cheaply with high yield.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-86671  
(P2000-86671A)

(43) 公開日 平成12年3月28日 (2000.3.28)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 7 F 5/02		C 0 7 F 5/02	D 4 H 0 4 8

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平10-263287	(71) 出願人	000195661 住友精化株式会社 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1
(22) 出願日	平成10年9月17日 (1998.9.17)	(72) 発明者	島田 康次 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1 住 友精化株式会社第1研究所内
		(72) 発明者	田井 慎一 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1 住 友精化株式会社第1研究所内
		(74) 代理人	100065215 弁理士 三枝 英二 (外10名)
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の製造法

(57) 【要約】

【課題】 一般汎用装置を用いて、第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩を高収率で安価に製造する方法を提供する。

【解決手段】 第四級アルキルアンモニウムハライドとホウフッ化ナトリウムとを反応させることを特徴とする第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の製造法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 第四級アルキルアンモニウムハライドと  
 ホウフッ化ナトリウムとを反応させることを特徴とする  
 第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の  
 製造法。

【請求項2】 第四級アルキルアンモニウムハライド  
 が、塩化第四級アルキルアンモニウムおよび臭化第四級  
 アルキルアンモニウムの少なくとも1種である請求項1  
 に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

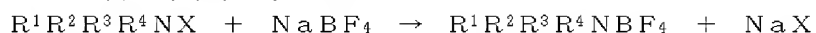
【発明の属する技術分野】本発明は、第四級アルキル  
 アンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の製造法に関する。  
 さらに詳しくは、電気2重層キャパシター、電解コンデ  
 ンサー等の電解液の電解質として有用な第四級アルキル  
 アンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の製造法に関す  
 る。ここで、第四級アルキルアンモニウムとは、アンモ  
 ニウム(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)の4個のHが4個のアルキル基で置換  
 されたものであり、4個のアルキル基は同一でも異なっ  
 ていてもよい。

## 【0002】

【従来の技術】従来、第四級アルキルアンモニウムテ  
 ラフルオロホウ酸塩の製造法としては、例えば、第四級  
 アルキルアンモニウムハライドとホウフッ化水素酸とを  
 反応させる方法(米国特許3,965,178)、第四級アルキ  
 ルアンモニウム炭酸塩とホウフッ化水素酸とを反応さ  
 せる方法(イタリア特許第1153530号)等が知られてい  
 る。

【0003】しかしながら、上記の製造法は何れもホウ  
 フッ化水素酸を用いるために、反応中にホウフッ化水素  
 酸が分解して多量のフッ化水素が発生し、一般的な金属  
 製容器やガラスライニング容器を用いることができない。  
 そのため、高価なフロン系の樹脂によってコーティ  
 ングされた反応容器を用いる必要がある。

【0004】また、第四級アルキルアンモニウムハライド  
 とホウフッ化リチウムとを反応させる方法も知られて  
 いる(特開平10-87574号)が、収率がそれほど\*



式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>およびR<sup>4</sup>は、それぞれアルキル  
 基、好ましくは炭素数1〜4のアルキル基であり、同一  
 でも異なっていてよい。また、Xは塩素、臭素または  
 ヨウ素を示す。

【0013】上記第四級アルキルアンモニウムハライド  
 としては、塩化第四級アルキルアンモニウム、臭化第四  
 級アルキルアンモニウム、ヨウ化第四級アルキルアンモ  
 ニウム等が挙げられる。

【0014】また、第四級アルキルアンモニウムハライド  
 のアルキル基は、炭素数が1〜4であり、具体的に  
 は、メチル、エチル、n-プロピル、i-プロピル、n-  
 ーブチル、i-ーブチル、s-ーブチル、t-ーブチルであ

\*高くなく、しかも、ホウフッ化リチウムは比較的高価で  
 あるために経済的でない。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ホウフッ化  
 水素酸を用いる必要がなく、従って、腐食性のフッ化水  
 素が発生しないために高価なフロン系の樹脂によってコー  
 ティングされた反応容器を用いる必要がなく、一般汎  
 用装置を用いて、第四級アルキルアンモニウムテトラフル  
 オロホウ酸塩を高収率で安価に製造する方法を提供す  
 ることを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、第四級アル  
 キルアンモニウムハライドとホウフッ化ナトリウムとを  
 反応させることにより、フッ化水素が発生することなく、  
 従って、特殊な反応容器を必要とせず、高収率で  
 安価に第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ  
 酸塩が製造できることを見出し、本発明を完成した。

【0007】すなわち、本発明は、下記に示すとおり  
 の第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の  
 製造法を提供するものである。

【0008】1. 第四級アルキルアンモニウムハライド  
 とホウフッ化ナトリウムとを反応させることを特徴と  
 する第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸  
 塩の製造法。

【0009】2. 第四級アルキルアンモニウムハライド  
 が、塩化第四級アルキルアンモニウムおよび臭化第四  
 級アルキルアンモニウムの少なくとも1種である上記項  
 1に記載の方法。

## 【0010】

【発明の実施の形態】本発明においては、第四級アルキ  
 ルアンモニウムハライドとホウフッ化ナトリウムとを反  
 応させることによって、目的とする第四級アルキルアン  
 モニウムテトラフルオロホウ酸塩を得ることができる。

【0011】第四級アルキルアンモニウムハライドとホ  
 ウフッ化ナトリウムとの反応を、以下に化学式で示す。

## 【0012】

※る。第四級アルキルアンモニウムハライドの4個のアル  
 キル基は、上記のアルキル基の中の1種類、2種類の組  
 み合わせ、または3種類以上の組み合わせからなる。

【0015】第四級アルキルアンモニウムハライドを構  
 成する4個のアルキル基の具体例としては、テトラメチ  
 ル、テトラエチル、テトラプロピル、テトラブチル、エ  
 チルトリメチル、ジエチルジメチル、トリエチルメチ  
 ル、メチルトリアプロピル、エチルトリアプロピル、トリメ  
 チルプロピル、エチルジメチルプロピル、ジエチルメチ  
 ルプロピル、トリエチルプロピル、ジメチルジプロピ  
 ル、エチルメチルジプロピル、ジエチルジプロピル、ト  
 リメチルブチル、エチルジメチルブチル、ジエチルメチ

ルブチル、トリエチルブチル、トリプロピルブチル、ジメチルジブチル、エチルメチルジブチル、ジエチルジブチル等が挙げられる。ここで、プロピルは*n*-プロピル、*i*-プロピル、ブチルは*n*-ブチル、*i*-ブチル、*s*-ブチル、*t*-ブチルを含む。

【0016】上記第四級アルキルアンモニウムハライドの中では、容易かつ安価に製造できるという観点から、塩化エチルトリメチルアンモニウム、塩化ジエチルジメチルアンモニウム、塩化トリエチルメチルアンモニウム、臭化エチルトリメチルアンモニウム、臭化ジエチルジメチルアンモニウム、臭化トリエチルメチルアンモニウムが好適に用いられる。

【0017】本発明に用いられる第四級アルキルアンモニウムハライドは市販のものでもよく、また、公知の製造方法によって製造されたものでもよい。公知の製造方法としては、例えば、第三級アルキルアミンとハロゲン化アルキルとを反応させて第四級アルキルアンモニウムハライドを得る方法、または、第三級アルキルアミンとジアルキル炭酸エステルとを反応させ、引き続き、塩酸または臭化水素酸と反応させて第四級アルキルアンモニウムハライドを得る方法等が挙げられる。

【0018】反応に用いるホウフッ化ナトリウムの使用量は、第四級アルキルアンモニウムハライドに対して、通常1.0～1.5倍モル程度、好ましくは1.0～1.2倍モル程度である。ホウフッ化ナトリウムの使用量が1.0倍モル未満では第四級アルキルアンモニウムハライドが未反応で残るために反応が完結せず、1.5倍モルを超えて用いてもそれに見合う効果が得られない。

【0019】反応に用いる溶媒としては、第四級アルキルアンモニウムハライドの溶解性の観点から、水、メタノール、エタノール、イソプロパノール等の炭素数1～3の低級アルコール、または水と低級アルコールとの混合溶媒が好ましい。その使用量は、特に限定されるものではないが、反応終了後に反応液を加熱乾固するため、少ない方が好ましく、第四級アルキルアンモニウムハライドに対して、通常0.5～5倍重量程度であり、好ましくは1～3倍重量程度である。

【0020】上記の反応の反応温度は、通常0～50℃程度、好ましくは20～40℃程度の範囲である。反応温度が0℃未満では反応が遅く、50℃を超えてもそれに見合う反応速度の上昇効果が得られず、経済的に不利である。

【0021】反応時間は、通常0.5～8時間程度の範囲であり、好ましくは1～5時間程度の範囲である。

【0022】反応終了後、反応液を加熱乾固して、溶媒を除去する。加熱乾固は、常圧下または3～100Torr程度の減圧下で、通常30～100℃程度、好ましくは60～100℃程度で行う。次に、得られた第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩と副生物

との混合固形物に、エタノール、イソプロパノール等のアルコールまたはアセトン、メチルエチルケトン等のケトンを加え、溶解しない副生物を濾過等により除去した後、濾液を加熱乾固することにより、目的とする第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩を高純度で得ることができる。アセトン、エタノール等の有機溶媒の使用量は、第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩と副生物との混合固形物に対して、通常3～20倍重量程度であり、好ましくは3～10倍重量程度である。第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩を溶解させる際の温度は、通常0～50℃程度であり、好ましくは20～40℃程度である。加熱乾固は、常圧下または3～500Torr程度の減圧下で、通常30～100℃程度、好ましくは60～100℃程度で行う。

【0023】

【実施例】次に、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はかかる実施例によって限定されるものではない。

【0024】実施例1

攪拌機、温度計および冷却器を備え付けた300ml容の三口フラスコの内部を窒素ガスにて置換した後、塩化トリエチルメチルアンモニウム45.5g(0.3モル)、ホウフッ化ナトリウム32.9g(0.3モル)および水100gを仕込んだ。攪拌下、約25℃で1時間反応させた。反応終了後、4Torrの減圧下、100℃にて溶媒を除去して加熱乾固し、約80gの白色固形物を得た。

【0025】得られた白色固形物に室温下でアセトン315.9gを加え、不溶の塩化ナトリウムを分離した後、上記と同条件にて加熱乾固して白色結晶59.0gを得た。<sup>1</sup>H-NMRスペクトルおよびIRスペクトルから、この結晶がトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩であることが確認された。得られたトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の純度をHPLC(高速液体クロマトグラフィー)法にて測定した結果、純度は99%、残存塩素イオン濃度は272ppmであった。また、収率は、塩化トリエチルメチルアンモニウムに対して97%であった。得られたトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩をエタノールより再結晶すると、残存塩素イオン濃度を5ppmまで低減することができた。

【0026】実施例2

攪拌機、温度計および冷却器を備え付けた300ml容の三口フラスコの内部を窒素ガスにて置換した後、臭化トリエチルメチルアンモニウム58.8g(0.3モル)、ホウフッ化ナトリウム39.5g(0.36モル)および水100gを仕込んだ。攪拌下、約25℃で1時間反応させた。反応終了後、4Torrの減圧下、100℃にて溶媒を除去して加熱乾固し、約100gの



白色固形物を得た。

【0027】得られた白色固形物に室温下でアセトン315.9gを加え、不溶の臭化ナトリウムを分離した後、上記と同条件にて加熱乾固して白色結晶58.4gを得た。<sup>1</sup>H-NMRスペクトルおよびIRスペクトルから、この結晶がトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩であることが確認された。得られたトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩の純度をHPLC法にて測定した結果、純度は98%、残存臭素イオン濃度は255ppmであった。また、収率は、臭化トリエチルメチルアンモニウムに対して96%

であった。得られたトリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩をエタノールより再結晶すると、残存臭素イオン濃度を4ppmまで低減することができた。

【0028】

【発明の効果】本発明によれば、ホウフッ化水素酸を用いる必要がなく、従って、腐食性のフッ化水素が発生しないために高価なフロン系の樹脂によってコーティングされた反応容器を用いる必要がなく、第四級アルキルアンモニウムテトラフルオロホウ酸塩を高収率で工業的に安価に製造することができる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 荒木 修市

兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1 住  
友精化株式会社第1研究所内

(72)発明者 西口 英明

兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1 住  
友精化株式会社第1研究所内  
Fターム(参考) 4H048 AA02 AC90 BE90 VA11 VA30  
VA75 VB10